

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/004141

International filing date: 03 March 2005 (03.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-062331  
Filing date: 05 March 2004 (05.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 24 March 2005 (24.03.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

03.3.2005

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 4 年   3 月   5 日  
Date of Application:

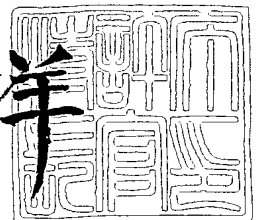
出 願 番 号            特 願 2 0 0 4 - 0 6 2 3 3 1  
Application Number:  
[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 4 - 0 6 2 3 3 1 ]

出   願   人            帝 人 株 式 会 社  
Applicant(s):

2 0 0 5 年   2 月 2 2 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川 洋



出証番号   出証特 2 0 0 5 - 3 0 1 3 7 3 7

【書類名】 特許願  
【整理番号】 P37627  
【提出日】 平成16年 3月 5日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 B01J 4/00  
【発明者】  
    【住所又は居所】 愛媛県松山市北吉田町 7 7 番地 帝人ファイバー株式会社 松山  
                            事業所内  
    【氏名】 近常 哲也  
【発明者】  
    【住所又は居所】 愛媛県松山市北吉田町 7 7 番地 帝人ファイバー株式会社 松山  
                            事業所内  
    【氏名】 堀内 裕志  
【特許出願人】  
    【識別番号】 000003001  
    【氏名又は名称】 帝人株式会社  
【代理人】  
    【識別番号】 100099678  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】 三原 秀子  
【手数料の表示】  
    【予納台帳番号】 206048  
    【納付金額】 21,000円  
【提出物件の目録】  
    【物件名】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 図面 1  
    【物件名】 要約書 1  
    【包括委任状番号】 0203001

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

スラリーが収容されている攪拌槽からスラリーを抜き出すに際し、開口部が攪拌槽の側壁部にあるスラリー抜き出し部から抜き出すことを特徴とするスラリーの抜き出し方法。

**【請求項 2】**

スラリー抜き出し部の開口部が、攪拌槽の側壁部から攪拌槽内部方向に突出している、請求項 1 記載のスラリーの抜き出し方法。

**【請求項 3】**

開口部の開口面の方向が、攪拌流の下流方向に対して 0 度以上、90 度未満の方向を向いている、請求項 2 記載のスラリーの抜き出し方法。

**【請求項 4】**

開口部の開口面の方向が、攪拌流の下流方向に対して 0 度以上、30 度未満の方向を向いている、請求項 2 記載のスラリーの抜き出し方法。

**【請求項 5】**

スラリーを、減圧弁を経て該攪拌槽より低い圧力下にある槽へ抜き出す、請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のスラリーの抜き出し方法。

**【請求項 6】**

ポンプによりスラリーを吸引して抜き出す、請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載のスラリーの抜き出し方法。

**【請求項 7】**

スラリーがテレフタル酸と液体からなる、請求項 1～6 のいずれか 1 項に記載のスラリーの抜き出し方法。

**【請求項 8】**

スラリーがテレフタル酸ジメチルを加水分解して得られたものである、請求項 1～6 のいずれか 1 項に記載のスラリー抜き出し方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】スラリーの抜き出し方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、スラリーが収容されている攪拌槽から長期間安定してスラリーを抜き出すことができる抜き出し方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

化学工業では様々な場面でスラリーが取り扱われている。しかしながら、スラリー中には固体を含んでいるので、これに起因する取り扱い上の問題がいくつか発生することがある。その一つはスラリー中の固体が容器内で沈降しないように、常に流動させておく必要があるということである。そのため、スラリーは通常、攪拌機を備えた攪拌層に収容されている。

【0003】

しかしながら、スラリー中で結晶が生成および／または成長する場合、すなわちスラリーを構成する液相がスラリー中の結晶に対し溶解力を有する場合には、攪拌槽の槽壁や攪拌機に結晶が堆積する現象が起こることが多い。これは単にスラリー中の結晶が沈降するだけでなく、沈降した結晶が液相から新たに析出した結晶により結合され、固結して大きな固体になるためである。

【0004】

しかしこのような堆積物も、衝撃などにより槽壁から剥離してスラリー中に混入してることがある。剥離した堆積物は通常スラリー中の結晶の大きさまで分解せずに剥離したままの大きな塊状物またはその破砕物として存在することが多い。

【0005】

一方、容器からのスラリーの抜き出しは、デッドスペースを少なくするため、通常底部に設けた抜き出し管を経て行われることが多い。通常抜き出し管の開口部は槽底と同じ位置にある。しかし、抜き出し管に前記塊状物、またはその破砕物が抜き出し管に流入して送液不良を引き起こし、さらには完全に閉塞することがある。また、様々な攪拌機が提案されているが、攪拌によりスラリーを完全混合状態とすることは技術上困難であり、特に槽底部では局部的にスラリー中の固体が沈降する現象は避けられず、この固体が抜き出し管に流入して送液不良や抜き出し管の閉塞を引き起こすことがある。また、槽内から抜き出し管に入る部分では急激に流速が上昇する。そのため最も流速の変化が大きい抜き出し部では重量の大きい固体が取り残され、抜き出し部入り口にブリッジを形成することで送液不良や抜き出し管の閉塞を引き起こすことがある。

【0006】

例えば、攪拌槽中でテレフタル酸ジメチルを加水分解してテレフタル酸を製造する工程では、反応条件下における水溶液中におけるテレフタル酸の溶解度は比較的小さいので、生成したテレフタル酸の大部分は結晶として水溶液中に懸濁している。その一部は反応槽の壁面や攪拌機などに堆積して固い固形物を形成する。衝撃などにより固形物が剥離してスラリー中に混入すると、これが槽底の抜き出し管に流入し、抜き出し管が閉塞してスラリーの送液ができなくなることがある。

【0007】

さらに、攪拌槽から、減圧弁を経てより低い圧力下にある攪拌槽に連続的に送液する方法においては、減圧弁では配管よりも流路が狭い絞りが存在するため、前記の閉塞が起こりやすい状態となっている。

【0008】

このような問題を解消するため、特許文献1には、底部に設置されている抜き出し管の開口部を底部より50mm以上突出させて設置する方法が提案されている。しかしながら攪拌機の形状によっては、底部から50mmの突出させることができないタイプの攪拌機も提案されており、適用範囲が限定されるという欠点があった。

【特許文献1】特開平8-141386号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

本発明は、上記背景技術を鑑みなされたもので、その目的は、剥離した堆積物や槽底部で沈降・堆積した固形分によりスラリーの抜き出しが阻害されることのない抜き出し方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明者らの研究によれば、「スラリーが収容されている攪拌槽からスラリーを抜き出すに際し、開口部が攪拌槽の側壁部にあるスラリー抜き出し部から抜き出すことを特徴とするスラリーの抜き出し方法。」により抜き出し部の閉塞を防止することができ、上記目的が達成できることが見出された。

【0011】

好ましくは、スラリー抜き出し部の開口部が、攪拌槽内部方向に突出していると、剥離物や沈降した固形分が抜き出し管に流入することを抑制でき、スラリーの抜き出しを阻害することを防止できる。

【0012】

また、該攪拌槽の側壁に設置し、内部方向に突出した抜き出し部の開口面の方向が、攪拌流の下流方向に対して0度以上、90度未満の方向、好ましくは0度以上、30度未満の方向を向いていると、開口面近傍の下流で渦流が発生し、その渦の攪拌効果により、抜き出し口での固体のブリッジ形成を防止することができる。

【発明の効果】

【0013】

本発明のスラリー抜き出し方法によれば、スラリーを収容している攪拌槽の側壁に抜き出し口を設置しているので、槽壁や攪拌機に堆積した結晶の固結物が剥離して抜き出し管を閉塞させたり、固形物が抜き出し口部に堆積することによりスラリー抜き出しが阻害されるのを防止することができる。

【0014】

また、側壁に設置した抜き出し管を槽内に突出させる、あるいは、さらに抜き出し部開口面の方向を攪拌流の下流方向に対して0度以上、90度未満の方向とすることにより、該抜き出し管突出部の下流で渦流が発生し、その渦の攪拌効果により、抜き出し口部での固体のブリッジ形成を防止することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

以下、本発明の実施の形態を、図面を用いて説明する。図1は実施形態の攪拌槽を示し、(a)は(b) A-A面で切断した水平断面図、(b)は(a)のB-B面で切断した垂直断面図である。図1において、1は攪拌槽で、縦型円筒状に形成され、その内壁に沿って垂直方向にバッフル2が設けられている。攪拌槽1の中央部には垂直方向に攪拌機3が設けられ、その回転軸4は攪拌槽1の上壁を貫通して上方に伸び駆動装置5により駆動されるように構成されている。

【0016】

攪拌槽1の中間部の周壁には原料導入路6が連結している。攪拌槽1の側壁部にはスラリー抜き出し口7が好ましくは内部に突出した状態で設けられ、必要に応じて減圧弁8を介してスラリーが排出される。

【0017】

上記の装置を用い、テレフタル酸ジメチルを加水分解してテレフタル酸のスラリーを製造する場合を例にして説明する。攪拌槽(加水分解反応器として使用)1に原料導入路6からテレフタル酸ジメチルおよび水を導入し、駆動装置5により攪拌機3を回転させて攪拌しながら加水分解反応を行う。加水分解反応によりテレフタル酸ジメチルは加水分解さ

れてテレフタル酸が生成するが、このテレフタル酸は結晶として析出し、スラリーが形成される。スラリーはスラリー抜き出し口7から抜き出し、後段の加水分解反応器、もしくはタンクに移送される。

#### 【0018】

反応液、結晶を含むスラリーは、攪拌機の攪拌により反応器の内壁に沿って循環しているが、図2(c)に示すように、スラリー抜き出し口7を突出させ、開口面9の方向を攪拌流10の下流方向に対して0度以上、90度未満、好ましくは0度以上、30度未満の角度となるように設置する。これにより、抜き出し部の開口面付近では渦流11が発生し、十分なスラリーの攪拌効果が得られる。これにより、抜き出し部の開口面付近での固体のブリッジ形成が抑制される。

#### 【0019】

これに対して図2(d)に示すように、スラリー抜き出し口7の開口面9の方向を、攪拌流の下流方向に対して90度以上の角度となるように設置した場合には、突出部の下流側で発生した渦流11は開口面の背面で発生することとなり、スラリーの攪拌効果が得られない。

#### 【0020】

図3(e)～(j)は、本発明にかかるスラリー抜き出し口突出部の好ましい形状に一実施態様図である。

#### 【実施例】

#### 【0021】

以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明するが、本発明は、これらの実施例に限定されるものではない。

#### 【0022】

##### 【実施例1】

テレフタル酸ジメチルの加水分解反応によるテレフタル酸製造設備において、加水分解反応を、図1に示す攪拌機を有する攪拌槽を複数有する4段の連続槽型反応器で実施する方法において、第一段目の反応槽内の、温度約250℃、圧力4MPa、スラリー濃度約50%のテレフタル酸スラリーを、減圧弁を経て、温度約235℃、圧力3MPaに保持されている第二段反応槽に連続的に送液した。引き続いて第二段反応槽内のテレフタル酸スラリーを、ポンプにて温度約235℃、圧力3MPaに保持されている第三段反応槽に連続的に送液した。引き続いて第三段反応槽内のテレフタル酸スラリーを、減圧弁を経て、温度約220℃、圧力2.2MPaに保持されている第四段反応槽に連続的に送液した。引き続いて第四段反応槽内のテレフタル酸スラリーを、減圧弁を経て、温度約100℃、大気圧に保持されているスラリー貯槽に連続的に送液した。

#### 【0023】

その際、前段階の槽からの取り出し位置を反応器側面の、常にスラリーの液面より低い位置に設置し、且つ開口部が攪拌流の下流方向に対して30度となるように設置してスラリーを送液したところ、閉塞を生じることなく安定した運転をすることができた。

#### 【0024】

##### 【実施例2】

実施例1において、開口部が攪拌流の下流方向に対して60度となるように設置してスラリーを送液したところ、スラリーの抜き出し量が若干低下したが、閉塞は生じることなく長時間運転を継続することができた。

#### 【0025】

##### 【比較例1】

実施例1において、前槽からの取り出し位置を反応器底部中央に設置してスラリーを送液したところ、短時間でスラリーの抜き出しが不可能になり、運転を継続することができなかった。

#### 【産業上の利用可能性】

#### 【0026】

本発明のスラリー抜き出し方法は、剥離した堆積物や沈降・堆積した固形分によるスラリー抜き出しの阻害を抑制することができるので、極めて安定して抜き出しをすることができ、スラリーが取り扱われている様々な分野に展開することができる。

【図面の簡単な説明】

【0027】

【図1】本発明で用いる攪拌槽の一例の模式図を示し、(a)は(b)のA-A面で切断した水平断面図で、(b)は(a)のB-B面で切断した垂直断面図である。

【図2】(c)はスラリー抜き出し部の開口面の方向を、攪拌流の下流方向に対して0度以上90度未満の角度となるように設置した場合、(d)は90度以上の角度となるように設置した場合の説明図である。

【図3】(e)～(j)は、スラリー抜き出し口部の具体的な形状を示す模式図である。

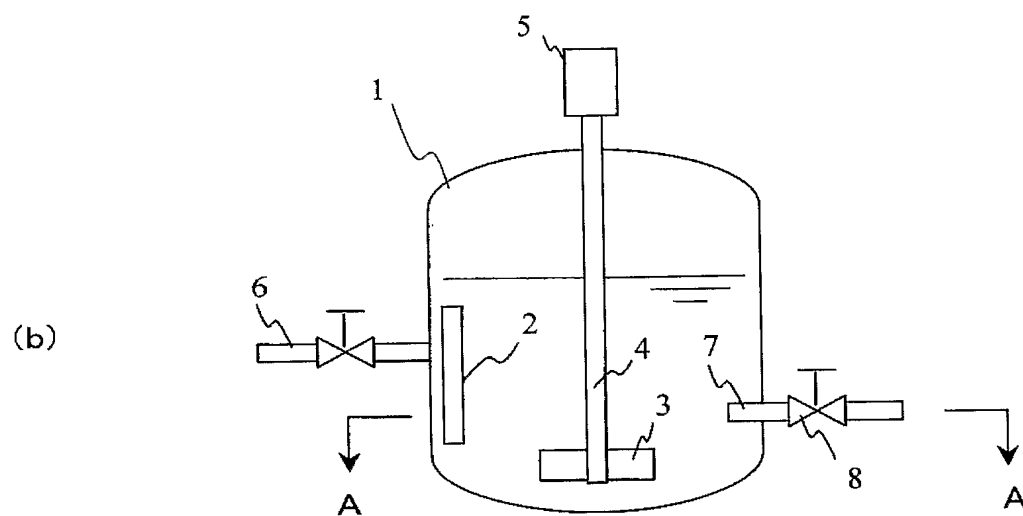
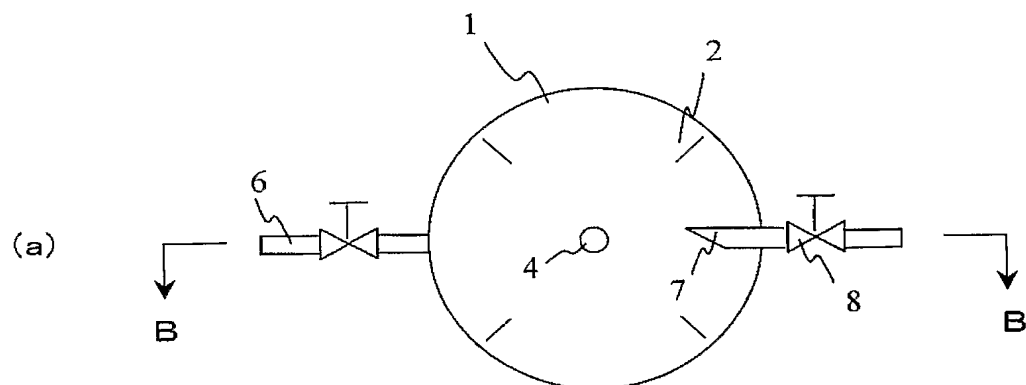
【符号の説明】

【0028】

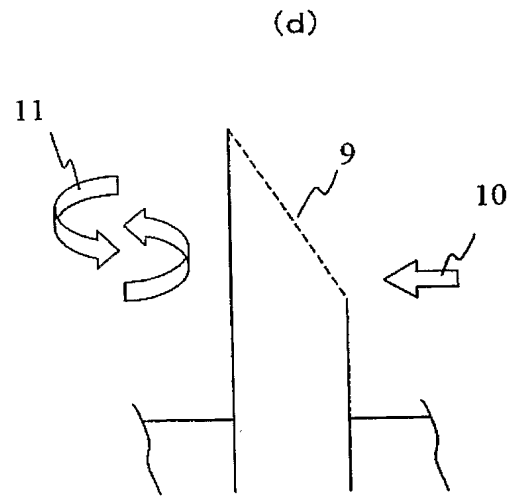
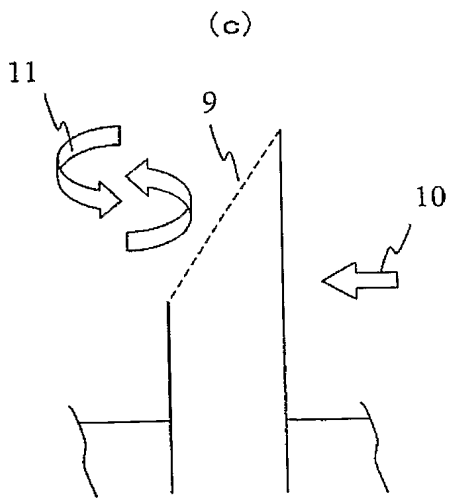
- 1 攪拌槽
- 2 バッフル
- 3 攪拌機
- 4 回転軸
- 5 駆動装置
- 6 原料導入路
- 7 スラリー抜き出し口
- 8 減圧弁
- 9 開口面
- 10 攪拌流
- 11 渦流



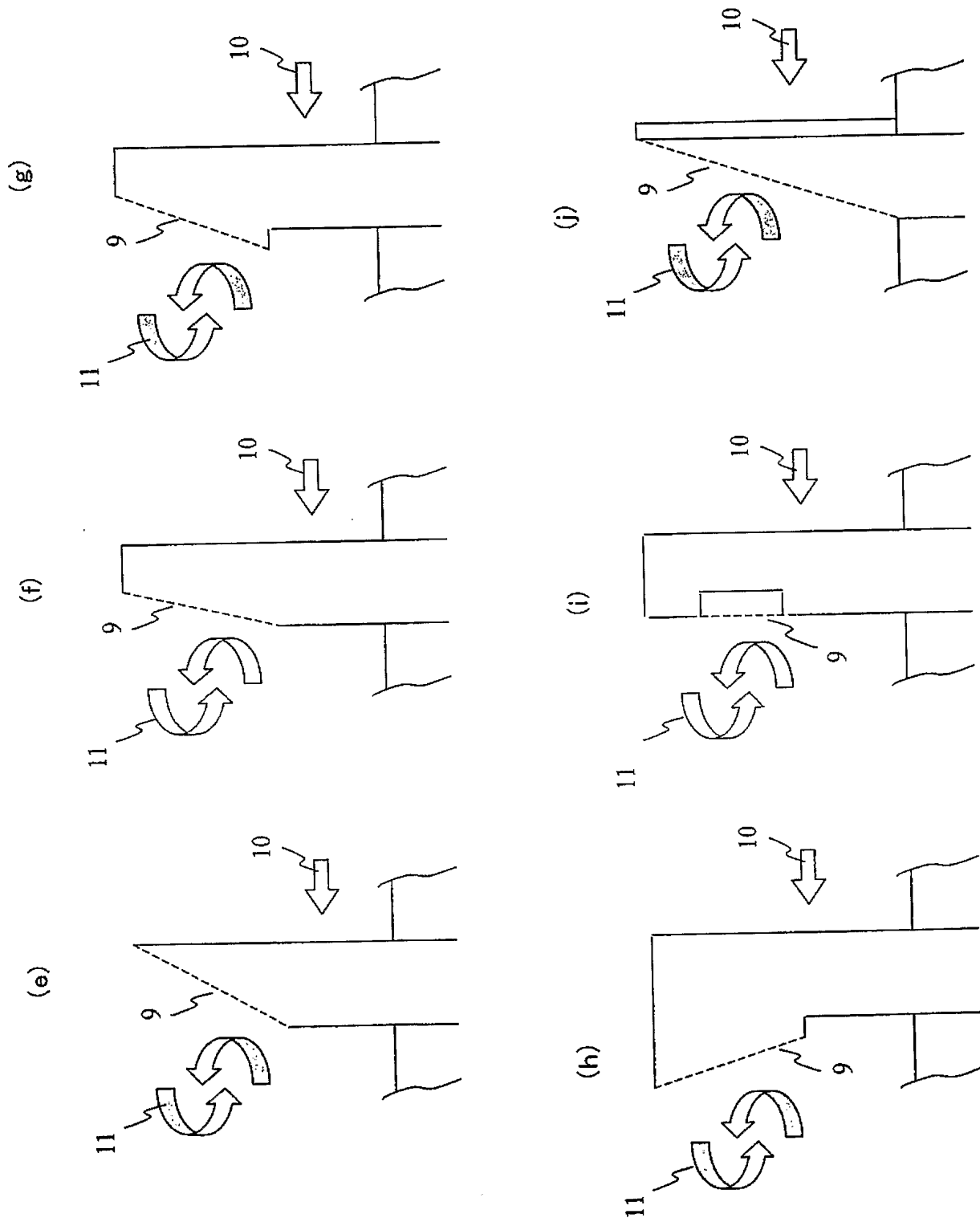
【書類名】 図面  
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 剥離した堆積物や槽底部で沈降・堆積した固形分によりスラリーの抜き出しが阻害されることのない抜き出し方法を提供すること。

【解決手段】 スラリーが収容されている攪拌槽からスラリーを抜き出すに際し、開口部が攪拌槽の側壁部に、好ましくは槽内部に突出した状態で設置されたスラリー抜き出し部から抜き出す。さらに好ましくは、開口面の方向を攪拌流の下流方向に対して0度以上90度未満となる方向に向ける。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 4 - 0 6 2 3 3 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 3 0 0 1 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区南本町 1 丁目 6 番 7 号

氏 名

帝人株式会社